

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-121818

(43)Date of publication of application : 22.04.1992

(51)Int.CI. G11B 5/84

(21)Application number : 02-242129 (71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 11.09.1990 (72)Inventor : ISHIDA TATSURO

SUGITA RYUJI

GOTO YOSHIKI

HONDA KAZUYOSHI

NAKAMURA YUKARI

TOMA KIYOKAZU

ECHIGO NORIYASU

KAWAWAKI YASUHIRO

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PURPOSE: To uniformly form microprojections of a uniform height at a sufficient density even if a spacing is further decreased by subjecting a Co-based magnetic film to a surface polishing treatment after the formation thereof.

CONSTITUTION: The Co-based magnetic film is formed directly or via an underlying layer on a nonmagnetic substrate having the microprojections on the surface. The ten point average roughness R_z at reference length $L=1.25\mu\text{m}$ on a medium surface is made into $\geq 10\text{nm}$ and $\leq 25\text{nm}$ and the max. height R_{max} is made into $\leq R_z+5\text{nm}$ by subjecting the Co-based magnetic film to the surface polishing treatment after the formation thereof. The abnormal projections of the medium surface are cut and the projection heights are uniformized by the surface polishing treatment in this way and eventually, the coefft. μ_k of dynamic friction between a magnetic head, a cylinder and the respective parts of a traveling system is lowered, by which the traveling property and durability are assured. The unequal wear of the magnetic head by the abnormal projections and the degradation of the reproduced output by the spacing of the abnormal projection components are prevented.

⑪ 公開特許公報 (A) 平4-121818

⑫ Int. Cl. 5
G 11 B 5/84識別記号 庁内整理番号
Z 7177-5D

⑬ 公開 平成4年(1992)4月22日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 磁気記録媒体の製造方法

⑮ 特 願 平2-242129
⑯ 出 願 平2(1990)9月11日

⑰ 発明者 石田 達朗	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 杉田 龍二	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 後藤 良樹	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 本田 和義	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 中村 ゆかり	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 東間 清和	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 越後 紀康	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発明者 川分 康博	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 出願人 松下電器産業株式会社	大阪府門真市大字門真1006番地	
⑰ 代理人 弁理士 小畠治明	外2名	

明 論 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体の製造方法

2. 特許請求の範囲

表面に微小突起を有する非磁性基板上に直接にまたは下地層を介してC_o基の磁性膜を形成する磁気記録媒体の製造方法において、前記C_o基の磁性膜の形成後に表面研磨処理を行うことにより媒体表面の基層長さし-1.25μmにおける十点平均粗さR_zを10nm以上、25nm以下とし、かつ最大高さR_{max}をR_z+5nm以下とするこことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、C_o基の磁性膜が表面に微小突起を有する非磁性基板上に形成された磁気記録媒体の製造方法に関する。

従来の技術

近年、磁気記録再生装置はますます小型化、高密度化の傾向にあり、従来の繊布型磁気記録媒体

の高密度化の限界を越えるものとして金属薄膜型磁気記録媒体（以下金属薄膜型媒体と称する）が注目されている。金属薄膜型媒体を製造する方法には、ノッキ法、スパッタリング法、真空蒸着法等があるが、生産性を考慮すると真空蒸着法が最も優れている。真空蒸着法によって生産性が高くかつ安定に金属薄膜型媒体を形成するには、例えば第3図に構成を示す装置を用いる。第3図において、12は高分子材料等からなる非磁性基板、13は蒸着用の円筒状ローラ、14は非磁性基板12の供給ロール、15は円巻き取りロール、16はガイドローラ、17は蒸発源、18は蒸発源17を加熱溶融するつば、19は蒸気の流れを制御するマスクである。上記の装置において、高分子材料よりなる基板12は蒸着用の円筒状ローラ13の外周面に巻きつけられ矢印Bの方向に移動しながら、蒸発源17から蒸発する蒸気が付着し蒸着が行われる。現在、上記の方法によりポリエチレンテレフタレート（PET）フィルム上にC_o-Ni-Oが形成された金属薄膜型媒体が

VTR用磁気記録テープとして実用化されているほか、次世代の高密度金属複合型媒体としてC.-Cr, Co-Oなどを主成分とする垂直磁気記録媒体の研究が進められている。垂直磁気記録媒体に信号を記録すると磁化は媒体の表面に垂直な方向を向く。このため、記録信号が短波長になるほど媒体内反磁界が減少し高い再生出力が得られるので本質的に高密度記録に適している。

上述した高密度金属磁気記録媒体の開発においては、媒体の表面処理技術が非常に重要な位置を占めている。例えばVTR用磁気記録テープとして使用する際には走行系における金属ポストやシリンドー、磁気ヘッドなどとの滑動において充分な走行性と耐久性が確保されなければならない。そこで現在の磁気記録媒体は、磁性層の上にC, Co-Oなどを主成分とする保護膜を形成して表面強度を増す（例えば、特開平2-96923号公報参照）とともに、表面に微小突起を形成することによって走行系各部との滑動時における摩擦係数を低下させている。この微小突起の形成は

1.0～1.5 nm程度にする必要があると考えられる。

スペーシングを25 nm以下として媒体表面の微小突起を設けようとした場合、従来の表面処理技術では不十分であり、高さの揺った突起を十分な密度で、かつ均一に形成することは困難であった。すなわち安定な走行性、耐久性を確保するためには磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部などとの摩擦に開与する微小突起が1個当たり10個程度以上、好みしくは20個程度以上の密度であるが、従来の技術によってこの密度で微小突起を形成すると突起高さが不均一となり、平均突起高さよりも5ないし10 nm以上高い突起が多く存在する。これは、微小突起の形成がSiO₂などからなる微小粒子を非磁性基板上に分散塗布するあるいは基板に内蔵する方法による場合を例にとれば、微小粒子の分散性が悪いために凝集を起こすことに起因する。このような突起は異常突起と呼ばれ、記録再生時においてスペーシングを増大させて再生出力を低下させたり、磁

SiO₂などからなる微小粒子を非磁性基板上に分散塗布するあるいは基板に内蔵する方法によるほか、高分子基板のオリゴマーを利用するもの、イオンエッチングによるものなど（例えば、特開平1-158616号公報参照）がある。

発明が解決しようとする課題

しかしながら高記録密度化により記録波長が短くなるほど記録再生時におけるスペーシングロスによる再生出力の低下が深刻になるという問題が発生する。特に垂直磁気記録媒体にリング磁気ヘッドを用いて記録再生する際のスペーシングロスは長手記録媒体の場合に比べて大きくなる傾向があり、保護層および微小突起によるヘッドと媒体の記録層との間のスペーシングは極力小さくしなければならない。したがって、走行性および耐久性を維持しつつ、いかにスペーシングを小さくするかが高密度磁気記録媒体開発における課題であり、この意味から媒体の表面処理技術が重要となっている。次世代の高密度VTR用テープにおいてはスペーシングを25 nm以下、好みしくは

気ヘッドの偏摩耗の原因となるほか、磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部との間の摩擦係数 μ を増大させて走行性、耐久性を低下させる。異常突起による走行性、耐久性の低下は、以下のメカニズムによるものと考えられる。高さが均一な微小突起が十分な密度で形成されている場合、磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部と実際に接触して摩擦に開与する突起（以下、有効突起と称する）の数が多いために、磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部から受ける荷重を多くの突起に分散して受けることになる。したがって、有効突起1個当たりにかかる荷重は非常に小さく、媒体全体としては摩擦係数 μ が低下し、走行性、耐久性が確保される。一方、異常突起が存在する場合には、磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部からの荷重は、すべてこの異常突起が受けることになる。すなわち異常突起よりも高さの低い多くの突起は実際には磁気ヘッド、シリンドー、走行系各部との摩擦には開与せず有効突起の数が圧倒的に減少するのである。したがって有効突起1個当たりにかかる

る荷重が大きくなり、媒体全体としては動摩擦係数 μ_x が増大して走行性、耐久性も低下する。

本発明は上記の課題を解決するもので、スペーシングをさらに小さくした場合にも、高さの揃った微小突起が十分な密度で、かつ均一に形成された磁気記録媒体を実現するための表面処理技術を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

本発明は上記の目的を実現するもので、表面に微小突起を有する非磁性基板上に直接にまたは下地層を介して C. 基の磁性膜を形成する磁気記録媒体の製造方法において、前記 C. 基の磁性膜の形成後に表面研磨処理を行うことにより媒体表面の基準長さ L = 1.25 μm における十点平均粗さ R_z を 10 nm 以上、25 nm 以下とし、かつ最大高さ R_{\max} を $R_z + 5$ nm 以下とすることを特徴とするものである。

作用

上記した手段によれば、表面研磨処理によって媒体表面の異常突起が削れて突起高さが揃い、有

効突起の数が増加するのである。結果として磁気ヘッド、シリンダー、走行系各部との間の動摩擦係数 μ_x が低下して走行性、耐久性が確保されるほか、異常突起による送気ヘッドの偏摩耗、異常突起分のスペーシングによる再生出力の低下も防止することができる。

ここで重要なのは表面研磨処理後の媒体表面が、「基準長さ L = 1.25 μm における十点平均粗さ R_z を 10 nm 以上、25 nm 以下とし、かつ最大高さ R_{\max} を $R_z + 5$ nm 以下とする」表面粗さ（用語は JIS B 0601 準拠）を有するよう、従来技術による微小突起の形成条件および表面研磨処理条件を定めることである。このことについて第 2 図を用いて説明する。第 2 図は、走査型トンネル電子顕微鏡 (STM) を用いて測定された、本発明の製造方法による磁気記録媒体表面の断面曲線の一例を示したものである。第 2 図より十点平均粗さ R_z は、 $(R_1 + R_2 + R_3 + R_4 + R_5 + R_6 + R_7 - R_8 - R_9 - R_{10} - R_{11}) / 5$ により求まり、また最大高さ R_{\max} は、

$(R_6 - R_1)$

により求まる。まず、基準長さ L = 1.25 μm としたことは、微小突起の密度を規定するという点で重要である。前述したように、磁気記録媒体の安定な走行性、耐久性を確保するためには磁気ヘッド、シリンダー、走行系各部などとの摩擦に因るする微小突起が 1 メートル当たり 10 個程度以上、好ましくは 20 個程度以上の密度で必要である。「基準長さ L = 1.25 μm における十点平均粗さ R_z を 10 nm 以上、25 nm 以下」とするためには基準長さ 1.25 μm の断面曲線において十点平均粗さ R_z に対応する大きさの断面曲線の山 6 と谷 7 を少なくとも 5 個ずつ以上持つ必要がある。このことが、2 次元的には 1 メートル当たり 10 個程度以上の微小突起を有することに対応することになる。次に、最大高さ R_{\max} を $R_z + 5$ nm 以下とすることは、微小突起の高さを揃えて異常突起の発生を抑制し、有効突起の数を増やすことを意味する。実験によれば、突起高さが $R_z + 5$ nm を超える突起は異常突起となる可能性を持ち、前

述したように再生出力の低下、走行性、耐久性の低下といった悪影響をもたらす。逆に、最大高さ R_{\max} を $R_z + 5$ nm 以下に抑えておけば、このような異常突起による悪影響は発生されない。以上に述べたように、高さの揃った突起を十分な密度で、かつ均一に形成することを前提にして、十点平均粗さ R_z を 10 nm 以上、25 nm 以下とすることが必要である。十点平均粗さ R_z が 25 nm を超える場合には、本発明における表面研磨処理を用いざとも、従来の技術において達成し得る。しかしこの場合にはスペーシングロスによる再生出力の低下が大きく、前述した次世代の高密度磁気記録媒体に要求されるレベルを満たしていない。従来技術によって媒体表面に形成された微小突起に表面研磨処理を施すことによりはじめて、十点平均粗さ R_z が 25 nm 以下が達成されるのである。一方、十点平均粗さ R_z を 10 nm 未満とすると、再生出力に不安定を生じたり、動摩擦係数 μ_x が増大して走行性、耐久性を低下せたりする。この原因は以下のように考えられる。い

かに理想的な表面性を確保しようとも、磁気ヘッドと媒体が接触して磨耗する限り磁気ヘッドあるいは媒体の摩耗粉の発生は防ぐものではない。この摩耗粉は通常は断面曲線における谷の部分を浮遊し特に悪影響を及ぼすことは少ない。しかしながら、十点平均粗さ R_a を 10 nm 未満とするような突起高さが低い場合には、この摩耗粉が断面曲線における山の部分にも頻度高く現れて磁気ヘッドと媒体との間で相互摩擦を起こし、磁気ヘッドの目詰まりを起こしたり、さらに突起を削って、微小突起による動摩擦係数低減の効果をなくしているのである。

以上述べたように、本発明における表面研磨処理は、高さの揺った微小突起が十分な密度で、かつ均一に形成された磁気記録媒体を実現するのに極めて有効な表面処理技術であるが、この技術を用いて、磁気記録媒体表面を請求項に限定した表面粗さとすることによって初めてその効果を最大限に發揮し、次世代の高密度磁気記録媒体開発に寄与する有効な技術となり得るのである。

上記で得られた磁気記録テープに、サファイヤのブレードを用いて表面研磨処理を施した。第1図に本実施例で用いた表面研磨処理装置の概略構成を示す。第1図において、1はサファイヤブレード、2は磁気記録媒体、3は磁気記録媒体の供給ロール、4は巻き取りロール、5はガイドローラである。第1図に示す装置において、磁気記録媒体2は、供給ロール3から巻き出されて矢印Aの方向に移動し、巻き取りロール4に巻き取られるまでの間、走行系の途中に設置されたサファイヤブレード1のエッジに接触して走行する際に表面が研磨される。このブレード1は磁気記録媒体2の種類や走行速度に応じて走行系途中に複数個設置して効率を上げることもできる。本実施例においては、磁気記録媒体2の走行速度を7mm/分とし、同一のサファイヤブレード1を5個配した。サファイヤブレードの代りにラッピングテープなどを用いてもよい。

(比較例1)

実施例において通常蒸着法によって作製された

実施例

以下に、長尺の高分子基板上に通常蒸着法によりCo-Cr膜、および保護層としてCo-O膜を順次形成した垂直磁気記録媒体を用いて本発明の方法を実現した例について従来例、比較例を交え、さらに図および表を用いて説明する。

第3図に示す通常蒸着装置を用いて上記の垂直磁気記録媒体を作製する。まず蒸発源17としてCoとCrの合金をつぼ18に充填し、加熱蒸発させて高分子基板12上に直接Co-Cr膜を作製する。次に蒸発源17をCoに入れ替えて、Co-Cr膜上にCo-O膜を作製する。Co-O膜は、蒸発源17近傍にガス供給パイプを配し、これより酸素を供給して反応蒸着法によって形成する。

高分子基板12には、磁性層が形成される面に平均粒径 1.5 nm の SiO_2 粒子があらかじめ分散塗布してあり、これによって磁性層形成後の媒体表面には1mm当たり20個程度以上の密度で微小突起が形成される。

磁気記録媒体に表面研磨処理を施さなかった。

(比較例2)

実施例と同様に、長尺の高分子基板上に通常蒸着法によりCo-Cr膜、および保護層としてCo-O膜を順次形成した垂直磁気記録媒体を作製した。

高分子基板12には、磁性層が形成される面に平均粒径 1.2 nm の SiO_2 粒子があらかじめ分散塗布してあり、これによって磁性層形成後の媒体表面には1mm当たり20個程度以上の密度で微小突起が形成される。

上記で得られた磁気記録テープに、実施例と同様にサファイヤのブレードを用いて表面研磨処理を施した。磁気記録媒体2の走行速度は7mm/分とし、同一のサファイヤブレード1を7個配した。

(従来例)

実施例と同様に、長尺の高分子基板上に通常蒸着法によりCo-Cr膜、および保護層としてCo-O膜を順次形成した垂直磁気記録媒体を作製した。

高分子基板12には、磁性層が形成される面に平均粒径2.8nmのSiO₂粒子があらかじめ分散塗布しており、これによって磁性層形成後の媒体裏面には1μm当たり20個程度以上の密度で微小突起が形成される。表面研磨処理は施さなかつた。

次の表に、本実施例、比較例1、2および従来例において作製された磁気記録媒体をテープ状にスリットして各種の評価を行った結果をまとめて示す。なお表中、十点平均粗さR_zおよび最大高さR_{max}は走査型トンネル電子顕微鏡により測定し、nm単位で示したものである。出力は、リング磁気ヘッドによる被長0.54mmの再生出力を従来例に対する相対値として4.0表示した。また動摩擦係数μ_{sl}は、ドローリング試験により測定された。この膜の質量は2.0g、テープの巻き付け角度は150度、ポストの直徑は4mmでその材質はSUS303であり、R_{max} = 0.6μmの表面性を有する。

	本実施例	比較例1	比較例2	従来例
R _z	1.4	1.6	9	2.6
R _{max}	1.7	2.6	1.2	3.0
出力	+3.5	+1.0	+4.5	±0.0
μ _{sl}	0.21	0.26	0.30	0.20
備考	テープの走行性、耐久性は実用上十分。	ときどき磁気ヘッドの磁気層が観察された。	磁気ヘッドの目詰まりにより出力が不安定。	テープの走行性、耐久性は実用上十分。

上記の表により、本実施例において本発明の製造方法によって作製された磁気記録テープが、磁気ヘッドと媒体記録層との間のスペーシングを低減することにより従来例よりも大幅な再生出力の増加がみられる一方で、従来例と同等の走行性、耐久性を有していることがわかる。比較例1の場合、本実施例と同じ平均粒径1.5nmのSiO₂粒子が1μm当たり20個程度以上の密度で分散塗布された高分子基板12を用いたにもかかわらず、表面研磨処理を行わなかったために、最大高さR_{max}が十点平均粗さR_zよりも9倍も大きく

なっており、異常突起が存在して有効突起数が減っていることがわかる。この異常突起の存在により、磁気ヘッドと媒体記録層との間のスペーシングが大きくなり、実施例においてみられたほどの再生出力の増加は観察されない。また作用の項において述べたように、動摩擦係数μ_{sl}の値が本実施例、従来例に比べて大きいことや、磁気ヘッドの磁気層が観察されることも異常突起の存在に起因するものである。比較例2の場合は、本実施例とは高分子基板12上に分散塗布されたSiO₂粒子の平均粒径と表面研磨処理条件を変え、スペーシングをさらに小さくした場合にも高さの削った微小突起が十分な密度で、かつ均一に形成された磁気記録媒体が実現された例であり、スペーシングの低減による再生出力の増加という観点では本実施例よりも大きな効果を上げている。しかしながら、この場合は、十点平均粗さR_zが10nm未満となっているため、磁気ヘッドと媒体の間に存在する摩擦層により、磁気ヘッドの目詰まりを起こしたり、さらに突起を削って、微小突起によ

る動摩擦係数低減の効果をなくしており、磁気記録媒体としての実用に耐え得るものではなくなっている。

以上述べたように本発明の方法により、本実施例において作製された磁気記録媒体が、再生出力、走行性、耐久性を考慮した高密度磁気記録媒体の総合性能において、非常に優れた特性を有していることが理解される。

なお、磁気記録媒体としてC₆₀—O₂またはC₆₀—C₇₀を主成分とする単層膜磁気記録媒体を用いた場合、両端のC₆₀基の磁性膜を有する各種多層膜媒体を用いた膜にも本発明の効果は上記と同様に得られた。特に磁気記録媒体作製の際、C₆₀—O₂膜またはC₆₀—C₇₀膜中のC₆₀を30%以下の範囲でN_{1s}、F_{1s}の少なくとも一方に置換した場合においても上記と同様に本発明の効果が得られた。

さらに高分子基板上に、Ti膜、Ni—P膜などの種々の磁性または非磁性の下地層を介して磁性層を形成する場合についても検討したところ、

上記の実施例と同様に本発明の効果が得られた。

発明の効果

以上の説明から明らかなように本発明により、従来よりも磁気ヘッドと基板の記録層の間のスペーシングをさらに小さくした場合にも、適正な高さの鍔った微小突起が十分な密度で、かつ均一に形成された磁気記録媒体を実現することができ、これにより C。基の磁性膜が形成された磁気記録媒体において、その走行性および耐久性を損なうことなく再生出力を高めることができる。すでに述べたように C。O。-O 膜、C。O。-C。r 膜に代表される C。基の磁性膜は鍔れた高密度垂直磁気記録媒体として注目されており、本発明は今後の高密度垂直磁気記録媒体の開発に大きく貢献できるものである。

4. 図面の簡単な説明

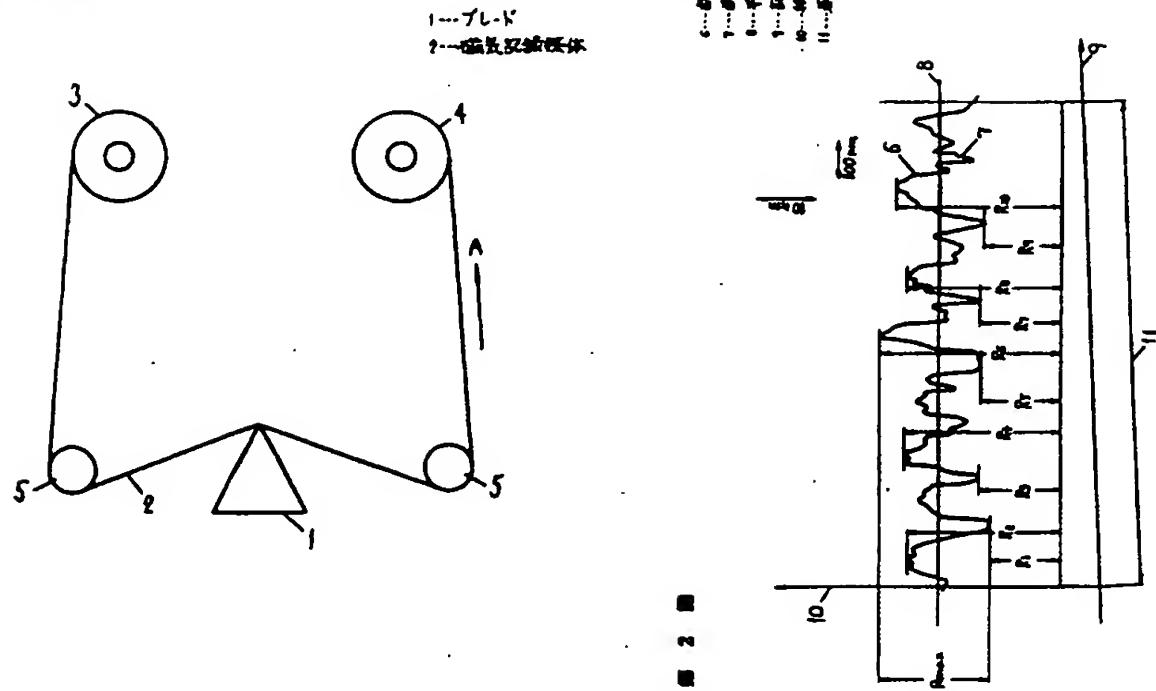
第1図は本発明の実施例において用いた表面研磨処理装置の概略構成図、第2図は本発明の製造方法による磁気記録媒体の表面の断面曲線の一例を示す図、第3図は従来より用いられ本実施例に

おいても用いた通常高着装置の概略構成図である。

1 ……ブレード、2 ……磁気記録媒体。

代理人の氏名 弁理士 小畠治 明 ほか2名

第 1 図



第3図

